# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

11-318500

(43)Date of publication of application: 24.11.1999

(51)Int.Cl.

C13D 3/04

(21)Application number: 10-142091

(71)Applicant: IKARI KANKYO KAGAKU KENKYUSHO:KK

**HOKKAIDO SUGAR CO LTD** 

MITSUI SUGAR CO LTD

(22)Date of filing:

11.05.1998

(72)Inventor: IGARI YOSHIMASA

**KAGA TOSHIO** 

**MORIYA KAZUHITO** 

**ENDO AKIRA** 

ISHIZUKA TADAYOSHI **MIZUTANI TAKEO** YAMADA KOZO

KAWAKAMI MASAYUKI

### (54) TREATING METHOD FOR CLEANING RAW JUICE OF BEET

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To inexpensively clean a raw juice of beet so as to reduce waste cake and the amount of CO2 by bringing the raw juice of beet into contact with magnesia, subjecting a filtered juice to lime treatment with milk of lime to carbonation.

SOLUTION: This treatment method for cleaning a raw juice of beet in a sugar manufacture process comprises adding 2.0-8.0 wt.% calculated as MgO based on solid content of the raw juice of beet of magnesia to the raw juice of beet to bring the raw juice of beet into contact with magnesia and filtering the raw juice. Then 1.0-5.0 wt.% calculated as CaO based on solid content of filtered juice of milk of lime is added to the filtered juice to treat the filtered juice with lime and subjected to carbonation to clean the objective raw juice of beet by a method capable of reducing waste cake and the amount of carbon dioxide gas with saved energy at a low cost, maintaining and improving the qualities of refined sugar equal to or higher than those of a conventional carbonation process.

reference 3

(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平11-318500

(43)公開日 平成11年(1999)11月24日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

C 1 3 D 3/04

識別記号

FΙ

C13D 3/04

審査請求 未請求 請求項の数5 FD (全 20 頁)

(21)出願番号

特願平10-142091

(71)出願人 595087576

株式会社猪狩環境科学研究所

(22)出願日

平成10年(1998) 5月11日

東京都台東区蔵前4-33-8

(71)出願人 000241968

北海道精業株式会社

東京都千代田区神田神保町2丁目1番地

(71)出願人 000174998

三井製糖株式会社

東京都中央区日本橋本町二丁目8番2号

(72)発明者 猪狩 俶將

千葉県我孫子市白山1-6-7-202

(74)代理人 弁理士 松井 光夫

最終頁に続く

# (54) 【発明の名称】 甜菜粗汁を清浄する処理方法

### (57)【要約】

【課題】 排ケーキおよび炭酸ガスの量を低減すると共に省エネルギー、低コストで、従来の炭酸法と同等以上の白糖品質を維持向上できる甜菜粗汁の清浄処理方法を提供する。

【解決手段】 製糖工程において甜菜粗汁を清浄する処理方法であって、甜菜粗汁をマグネシアで接触処理した後濾過し、該濾過汁に石灰乳を添加して石灰処理し、かつ炭酸飽充することを特徴とする方法。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 製糖工程において甜菜粗汁を清浄する処 理方法であって、甜菜粗汁をマグネシアで接触処理した 後濾過し、該濾過汁に石灰乳を添加して石灰処理し、か つ炭酸飽充することを特徴とする方法。

【請求項2】 前記マグネシア接触処理において、マグ ネシア添加量を甜菜粗汁固形分当たりのMgOで2.0 ~8. 0重量%とする請求項1記載の方法。

【請求項3】 前記マグネシア接触処理において、マグ ネシア添加量を甜菜粗汁固形分当たりのMg〇で3.0 10 ~6. 0重量%とする請求項2記載の方法。

【請求項4】 マグネシア接触処理後の濾過汁に、濾過 汁固形分当たりCaO換算で1.0~5.0重量%の石 灰乳を添加する請求項1~3のいずれか1項記載の方

【請求項5】 マグネシア接触処理後の濾過汁に、濾過 汁固形分当たりCaO換算で2.0~4.0重量%の石 灰乳を添加する請求項4記載の方法。

### 【発明の詳細な説明】

### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、製糖工程において 甜菜粗汁を清浄する処理方法に関し、さらに詳しくは、 マグネシアを用いて甜菜粗汁を清浄する処理方法に関す る。

### \* [0002]

【従来の技術】砂糖の工業的製造は、原料として主に甜 菜(ビート、アカザ科)または甘蔗(サトウキビ、イネ 科)に基礎をおいている。甜菜は主に、ヨーロッパ、ロ シアおよびアメリカ合衆国などの寒帯から亜寒帯地域に おいて栽培されており、日本では北海道において栽培さ れている。一方、甘蔗は主に、ブラジル、インド、キュ ーバ、タイ、オーストラリアなどの亜熱帯から熱帯地域 において栽培されており、日本では沖縄、鹿児島をはじ めとるする地域で栽培されている。このように、甜菜と 甘蔗は、植物起源を異にし、また生育環境も異なること から、砂糖以外に含まれる成分の組成が大きく異なって いる。

【0003】甜菜浸出汁は、タンパク熊窒素、アミノ酸 態窒素、ベタインなどの植物塩基酸態窒素からなる含窒 素非糖物質、サポニン、有機酸、主としてペクチン質な どのコロイド等からなる不純物を多量に含むことを特徴 とする。その組成は、甘蔗圧搾汁や精製糖工業における 洗糖溶液とは大きく異なる(表1)。なお、主として甜 菜浸出汁は耕地白糖に、甘蔗圧搾汁は原料糖に、洗糖溶 液は精製糖にそれぞれ清浄工程を経て結晶化される。

### [0004]

#### 【表1】

| 糖液              | 甜菜浸出汁    | 甘蔗圧搾汁    | 洗糖溶液     |
|-----------------|----------|----------|----------|
| 固形分(%)          | 12~17    | 14~20    | 63~68    |
| 純糖率(%)          | 87~90    | 80~88    | 99以上     |
| 不純物 (=100 -純糖率) |          |          |          |
| (%)             | 10~13    | 12~20    | 1以下      |
| 還元糖/固形分(%)      | 0.4 ~1.1 | 4.0 ~8.0 | 約0.2     |
| 灰分/固形分(%)       | 2.5 ~3.5 | 1.0 ~4.0 | 0. 1~0.2 |

また、甜菜には、含まれている窒素化合物による嗜好的 に好ましくないにおいがある。そのため、甜菜から白糖 製品を製造する上でいかにこのにおいを取り除くかとい うことも清浄工程の上で重要である。

【0005】甜菜浸出汁または甘蔗圧搾汁を製糖工場で 清浄する処理方法としては、ともに石灰を使用した清浄 方法が広く用いられている。甜菜の場合、甜菜の浸出汁 固形分当たりCaO換算で約11重量%(甜菜に対しC a O換算で約2.0 重量%)の石灰乳を使用し、炭酸飽充 するのに対し、甘蔗の場合、甘蔗の圧搾汁固形分当たり CaO換算で約0.1~0.6重量%(甘蔗に対しCa 〇換算で約0.03~0.10重量%)の石灰乳を添加 し、清浄処理をおこなっている。

【0006】この石灰乳の添加量の差は、原料の差にも よるが、得られる耕地白糖と原料糖という製品の差によ るところが大きい。そのため甜菜の場合、甘蔗に比較し て使用される石灰乳の量が多く、それに伴って排出され 用するので、石灰製造の際に生じる炭酸ガスの量も、一 部は炭酸飽充で使用されるとはいえ、膨大な量になると ともに消費するエネルギーも多くなる。

【0007】甜菜浸出汁の清浄方法については、これま で多くの方法が提案されてきたが、実用化されているの は、炭酸法、イオン交換樹脂法およびその他の吸着剤に よる方法である。しかし、現段階では、後二者を採用す る場合においても、あらかじめ必ず炭酸法で処理するこ とが必要となる。

【0008】炭酸法は、現在最も普通に世界的に採用さ れている甜菜の清浄方法であり、具体的には前石灰処理 後、主石灰処理をし、次に第一炭酸飽充そして第二炭酸 飽充を行う。以下、炭酸法について詳しく述べる。

【0009】まず、収穫した甜菜をスライサーで裁断 し、浸出塔で浸出して甜菜浸出汁を得る。この甜菜浸出 汁について炭酸法をおこなう。炭酸法で使用する石灰乳. は、石灰を水もしくは通常、一部製糖工程中で生じる甘 る量の排ケーキの量が多くなる。さらに、石灰を多く使 50 水を利用し、溶解、懸濁させてつくる。石灰は、通常製

30

糖工場内のライムキルンで、コークスを燃料として、石灰石を1000℃以上の高温で焼成しつくられる。そのため、焼成時に多量の熱エネルギーを要する。また、この過程で、石灰石の熱分解により、生石灰とともに炭酸ガスが生成する。この発生した大量の炭酸ガスを水洗し、その一部をポンプで吸引して炭酸飽充工程に送る。しかし浸出汁に対する石灰量が多量であるため、これを中和する炭酸ガスの量が大量に必要なことから、大容量のポンプを必要とする。一例として、甜菜3000トン/日の処理工場では、200KWのポンプを使用してい10る。

【0010】なお、現在石灰を焼成再生し、繰り返し使用することは、技術上および経済性の問題からおこなわれていない。その結果として、清浄処理に使用した石灰乳が浸出汁中の不純物を吸着して炭酸カルシウムとなり、大量の排ケーキとなる。この排ケーキは産業廃棄物となり、その処理が大きな問題となっている。この大量の排ケーキは、甜菜糖工場の場合、前にも述べた理由から白糖製品当たり、水分50%換算として約45重量%となり、精製糖工場の約15倍量にも相当する。浸出されてきた甜菜粗汁のpHは、約6であり、この甜菜粗汁は、前石灰処理槽で、温度 $40\sim60$ ℃に加熱され、甜菜当たりCaO換算で約0.2重量%の石灰乳が添加され、約pH11となって溢流し、主石灰添加槽へ移る。

【0011】甜菜粗汁のコロイドは、pHと大いに関連し、約pH11に、これらコロイドの凝固沈殿の最適点がある。さらに石灰乳を加えることにより、一旦沈殿したコロイドは、再び解膠しがちであるが、前石灰添加槽内で槽内を何段にも仕切り、甜菜粗汁のpHを徐々に上昇させることにより、沈殿は充分に脱水されて水和度の小さいものとなるため、次に主石灰添加時にpHが極度に高くなっても解膠し難くなる。

【0012】このように前石灰添加槽内で槽内を何段にも仕切り、甜菜粗汁のpHを徐々に上昇させる方法を、段階式前石灰添加と称する。従来の主石灰添加の前段階として、段階式前石灰添加を用いることにより、第一炭酸飽充汁の濾過性も良くなる。さらに、第一炭酸飽充汁の濾過性も良くなる。さらに、第一炭酸飽充汁を、粗汁に対し100%量を前石灰添加槽に戻すことにより、前石灰処理、主石灰処理を含め石灰全量で、甜菜当たりCaO換算で合計約2.0重量%の石灰乳(甜菜の粗汁固形分当たり、CaO換算で11重量%に相当する)の使用量で、連続濾過作業に適した沈殿が得られる。なおこの際、石灰は石灰乳の形で添加されるため、石灰乳添加と同時に多量の水が粗汁に添加されるため、石灰乳添加と同時に多量の水が粗汁に添加されることになる。大変な大変を表表が使用されるため、その分の蒸発エネルギーは除外されることになる。

【0013】次に、主石灰処理として、40~60℃の 前石灰添加汁を85~90℃まで加熱し、これに甜菜当 たりCaO換算で約1.8重量%の石灰乳を加えて十分 50 混合し、10~20分間放置する。この際の石灰処理汁のpHは、約12.5である。

【0014】この主石灰添加槽から出てくる約pH1 2.5の石灰処理汁を、90~93℃まで加熱し、第一 炭酸飽充槽で、前石灰処理と同じ約pH11になるよう 炭酸飽充する。次に、この飽充液を濾過工程へ送る。

【0015】濾過工程へ送られた飽充汁は、通常シックナーへ送られ、清澄汁(又は上澄汁ともいう)とマッドに分離される。マッドは、真空回転濾過機により濾過し、その濾液と清澄汁をあわせて、第一濾過汁となる。この第一濾過汁を100~102℃になるまで加熱し、次にこの第一濾過汁を第二炭酸飽充槽へ送る。

【0016】第二炭酸飽充の目的は、糖汁中の可溶性石灰量を最少にすることであり、炭酸飽充することで飽充液のpHを9.0~9.3とする。

【0017】このように炭酸法で清浄処理された飽充汁は、濾過後、通常イオン交換樹脂工程に送られる。イオン交換樹脂法の代表的なものが、冷脱塩法であり、炭酸法で処理した清浄汁を、10~15℃まで冷却し、H型の強酸性カチオン交換樹脂に通液後、OH型の弱塩基性アニオン交換樹脂に通液する。

【0018】このようにして、炭酸法およびイオン交換 樹脂により清浄された糖汁は、結晶缶で濃縮され、結 晶、分離工程を経て、甜菜を原料とする白糖製品とな る。

【0019】上記した甜菜糖工業における甜菜粗汁の清浄方法すなわち、炭酸法については最適な処理条件について、常に改良が進められてきており、例えばイオン交換樹脂と組合せる方法などを用い品質や収率面で向上がなされてきた。

【0020】しかしながら、近年自然保護、環境汚染防止の観点から、特に低公害、省エネルギー、さらには廃棄物の削減、温室効果防止のために二酸化炭素の排出削減などの問題が世界的に大きく採りあげられている。これらの観点に伴い、製糖工業を取りまく環境も厳しさを増し、製糖工場においても当然これらの問題に対処していかなければならない。特に、甜菜糖工業の場合、現在多くの工場で実施されている炭酸法によって生じる大量の炭酸カルシウムを主体とする排ケーキの廃棄処理が大きな問題となっており、また廃棄処理にかかる経済的費用も問題となっている。

【0021】さらには、炭酸法で使用する石灰は、通常製糖工場内で石灰石を1000℃以上の高温で焼成しつくられるため、多量の熱エネルギーを要し、しかもその過程で発生する大量の二酸化炭素を炭酸飽充工程に送るため大容量のポンプを必要とする。さらには、発生した二酸化炭素の一部は炭酸飽充に使用されるとはいえ、大量の二酸化炭素を大気圏へ放出することは、地球温暖化防止の観点から改善が必要である。

【0022】炭酸法の上記した問題を解決しようとする

試みとして、マグネシアを用いた糖液の清浄方法が知られている(例えば特開昭56-169599号公報、特開昭57-79900号公報および特開昭61-274787号公報)。また、甜菜浸出汁のマグネシアによる処理方法については、特開昭57-79900号に、甜菜粗汁をマグネシアで処理した場合、純糖率、灰分の面で効果的に処理できることが記載されている。

【0023】しかし、甜菜粗汁を単にマグネシアで清浄するだけの処理方法では、後工程で悪影響を及ぼす甜菜粗汁中に含まれている還元糖が、マグネシア処理によってほとんど分解出来ない。耕地白糖を製造する甜菜粗汁では、原料糖を製造する甘蔗圧搾汁と異なって、残留還元糖の問題は大きい。この残留還元糖は、元来甜菜に含まれている含窒素非糖物質と共に、清浄工程以後の濃縮、煎糖・結晶化工程においてメイラード反応を起こすため、生成した着色物質によって白糖製品の品質が低下してしまう。このため、残存する還元糖は、白糖製品、特にグラニュー糖としての品質価値を大きく損なう。

【0024】さらに、前にも述べたように甜菜には、含窒素非糖物質、サポニン、有機酸、主としてペクチン質 20からなるコロイドなどの不純物を多量に含むことから、甜菜をマグネシアで処理する場合、原料糖(洗糖)を処理する精製糖工場におけるマグネシア処理よりも、多量の高価なマグネシアを用いる必要がある。このため、甜菜粗汁を、マグネシアのみを用いて処理することは、還元糖以外の清浄の面からは効果的であるが、マグネシアが繰り返し使用できることを考慮しても得策ではない。

【0025】なお、甜菜糖工業においては、「甜菜粗汁を清浄する処理」とは、精製糖工業と異なり、一般的には純糖率の上昇、色価の減少、灰分および還元糖の除去を含む処理であることを意味し、最終的にこの一つのどれかが欠けても本来の清浄効果を達したとは言い難い。

### [0026]

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明は、甜菜から白糖を製造する工程において、清浄処理の結果排出される膨大な量の排ケーキおよび炭酸ガスの量を低減することを目的とし、さらには省エネルギー、低コストな処理方法を提供するとともに従来の炭酸法と同等以上の白糖品質を維持向上することを目的とする。

【0027】本発明はさらに、マグネシアを用いた甜菜 40 粗汁を清浄する処理を改良することを目的とする。

【0028】本発明はまた、今後ますます重要になってくる「地球にやさしい製糖法」(廃棄物削減、温室効果ガス排出削減、省エネルギー、低公害など)を提供することを目的とする。

### [0029]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、甜菜から 白糖を製造する工程における甜菜粗汁の清浄処理方法に 関して鋭意試験検討を重ねた結果、甜菜粗汁のマグネシ ア処理と、石灰処理および炭酸飽充との組合せを使用す 50

ると、従来の炭酸法と同等以上の品質の維持向上を図る ことが可能であり、かつ排出される膨大な量の排ケーキ および炭酸ガスの量を低減することが可能であり、かつ 省エネルギーであることを見いだし、本発明を完成する に至った。

【0030】すなわち本発明は、製糖工程において甜菜 粗汁を清浄する処理方法であって、甜菜粗汁をマグネシ アで接触処理した後濾過し、該濾過汁に石灰乳を添加し て石灰処理し、かつ炭酸飽充することを特徴とする方法 を提供する。

#### [0031]

【発明の実施の形態】本発明において、甜菜粗汁とは、 収穫した甜菜をスライサーで裁断し、浸出した糖汁(甜菜浸出液)をいう。

【0032】本発明の甜菜粗汁の清浄処理方法においては、まず上記甜菜粗汁をマグネシアで接触処理する。

【0033】本発明において使用するマグネシア(MgO)は、マグネシア形成可能のマグネシウム化合物、たとえば、水酸化マグネシウム、炭酸マグネシウム、塩基性炭酸マグネシウムなどを350~650℃、好ましくは450~550℃の比較的低温で30分から数時間焼成することによって得られるものが好ましい。このようにして得られるマグネシア中に不純物として、酸化アルミニウム、酸化カルシウム、珪酸塩などが含有されていても、糖液の清浄効果、再生効果に悪影響を及ぼすことはない。なお、使用されるマグネシアは、粉末の状態で使用し、通常その98%以上が目開き150μmの篩網をパスし、さらに平均44μmパスの粒径であることが好ましい。

【0034】本発明において使用するマグネシアは、任 意にパーライトおよび/または珪藻土を混合して、粉末 の状態で粗汁に添加するすることができる。パーライト および/または珪藻土は、マグネシアと好ましくは等量 以上、より好ましくは2~5倍(重量)の範囲で添加さ れる。なお、パーライトおよび珪藻土は、食品製造にお いて通常使用される濾過助剤として知られているものが いずれも使用できる。パーライトは、平均粒径が通常2  $\sim 20 \mu m$ 、好ましくは  $4 \sim 15 \mu m$  であり、珪藻土 は、平均粒径が通常5~100 μm、好ましくは15~ 20μmである。甜菜粗汁をマグネシアで接触処理する 際のマグネシア(MgO)の添加量については、添加す るマグネシアの量が少なすぎては期待する清浄効果が得 られず、また処理の結果、粗汁の純糖率の上昇が0.5 以下では清浄の処理工程としての意味が小さい。一方、 添加するマグネシアの量が多すぎると、十分な清浄効果 は得られるものの不経済となり好ましくない。そこで、 マグネシア(MgO)を甜菜粗汁の粗汁固形分当たり、 好ましくは2.0重量%以上、より好ましくは3.0重 量%以上で、かつ好ましくは8.0重量%以下、より好 ましくは6.0重量%以下の量で添加することにより、

40

期待する処理結果を得ることが出来る。なお、この際の添加量は、後述する後工程の石灰乳の添加量とも関連し、また甜菜粗汁は、収穫時期や収穫してから製糖されるまでの放置時間によってその品質が異なるため、適宜、甜菜粗汁の品質によってマグネシアの量を増減することが好ましい。なおこの場合、純糖率、色価の面では、従来の炭酸法と同等以上の清浄効果を得ることが可能である。

【0035】次に、甜菜粗汁をマグネシアで接触処理する際の接触温度ついては、脱色性すなわち色価の減少率、処理後の濾過汁のマグネシウムイオン量および還元糖量を考慮すると、好ましくは60℃以上、より好ましくは65℃以上で、かつ好ましくは90℃以下、より好ましくは85℃以下である。

【0036】また、甜菜粗汁をマグネシアで接触処理する際の接触時間については、30分から1時間程度が好ましく、これより短い場合十分な清浄効果が期待出来ず、またこれより長い場合、製糖工程上の処理能力の問題から好ましくない。また、特に温度が約80~90℃と高い温度でマグネシア接触処理をおこなう場合には、再着色を起こす可能性があるため、接触時間を短い方に選択することが好ましい。なお、甜菜粗汁をマグネシアで接触処理した際の接触時間と還元糖の量の関係については、接触時間の差による還元糖量の差は比較的小さい。しかしながら、接触時間が同じ場合、マグネシアで接触処理する際の温度が高くなるほど還元糖はわずかに減少している。

【0037】甜菜粗汁に存在する不純物であるコロイドは、pHと大いに関連し、約pH11に凝固沈殿の最適点がある。前記した従来の炭酸法では、この点を考慮しつつ前石灰処理、主石灰処理で工程操作を行い、最終的に粗汁のpHは約12.5になり、その後、pH9.0~9.3になるまで炭酸飽充を行っている。これに対し、甜菜粗汁に、上記量のマグネシアを添加すると、粗汁のpHは、約10.0~10.7であり、従来の炭酸法に比較してpHはかなり低い。また、マグネシア接触処理による甜菜粗汁の脱色機構は、従来の炭酸法とかなり異なるものであると推定される。

【0038】このようにして甜菜粗汁をマグネシアで接触処理すると、清浄剤として添加したマグネシア(MgO)の量は、従来の炭酸法の石灰乳添加量の約半量(粗汁固形分当たり約6.0重量%)で、従来の炭酸法と同等以上の純糖率、灰分などの除去率(還元糖を除く)が得られ、色価については、粗汁固形分当たり4.0重量%で、従来の炭酸法と同等以上の脱色効果を得ることが可能である。

【0039】 甜菜粗汁をマグネシアで接触処理した後、 濾過する。濾過の方法は特に限定されず、製糖の分野に おいて慣用の濾過法が使用できる。例えば真空回転濾過 機、加圧式濾過機、圧搾濾過機等が使用される。前述し たように、マグネシア接触処理後の甜菜粗汁の濾過性は 良好であり、前記接触処理におけるマグネシアの添加量 が粗汁固形分当たり2.0重量%以上では、従来の炭酸 法よりも濾過性は良好である。

【0040】また、濾過により分離した使用後のマグネシア(またはこれとパーライトおよび/または珪藻土の混合物)は、500℃前後で焼成再生し、この再生マグネシアを繰り返し粗汁と接触処理に使用することが可能である。このため、マグネシア由来の排ケーキ量を著しく減少させることが出来る。しかも、この再生不能となったマグネシアは、従来の炭酸法における炭酸カルシウムの排ケーキと異なり、優れた有用肥料として活用できる。

【0041】上記したように甜菜粗汁をマグネシア接触 処理すると、従来の炭酸法と比較して、脱色性や、純糖 率の上昇については優れているが、還元糖がほとんど分 解されずに残存している。このままでは、これらの還元 糖の一部は、甜菜粗汁に含まれている含窒素非糖物質と メイラード反応を起こし、清浄工程以後の蒸発、煎糖工 20 程において極めて大きな着色の原因になり、白糖製品の 歩留低下につながる。さらにこれらの着色物質は残存す る還元糖とともに白糖製品、特にグラニュー糖の品質低 下につながる。このため、製品としての価値が大きく損 なわれる。

【0042】また、上記マグネシア接触処理法では、甜菜粗汁中のカルシウムイオンは除去されるが、マグネシウムイオンは、マグネシアの添加量が甜菜粗汁固形分当たり約7重量%以下では、ほとんど除去されない。マグネシウムイオンは、甜菜粗汁に元来含まれているものが主体であり、一部マグネシアを添加することによって溶存した両方を意味する。なお、甜菜粗汁に添加するマグネシア量が少ない場合、マグネシアの一部が溶解する。マグネシウムイオンは、グラニュー糖製品の品質保持・向上や後工程の多重効用蒸発缶で濃縮する際の缶内スケール防止および、イオン交換樹脂の負荷となるために、除去が必要である。

【0043】このように、マグネシア接触処理だけでは、甜菜粗汁中の還元糖の除去およびマグネシウムイオンの除去が十分に出来ないので、甜菜糖工業において甜菜を処理する上で本来の清浄効果を達したとはいえない。

【0044】そこで本発明の方法においては次に、マグネシア接触処理後の濾過汁を石灰処理する。ここで石灰処理は、従来の炭酸法に比べわずかな量の石灰乳を前記濾過汁に添加することにより行うことができる。

【0045】本発明において石灰乳とは、石灰(生石灰または消石灰)を水または通常製糖工程中で生ずる甘水を利用して溶解、懸濁させたものであり、石灰は市販されている消石灰を使用してもよい。なお、本発明における石灰の使用量は、従来の炭酸法に比べ少量であること

30

40

50

10

から、市販されている消石灰を使用することが好まし い。

【0046】すなわち本発明においては、マグネシアで接触処理後の濾過汁に、濾過汁固形分当たりCaO換算で好ましくは1.0重量%以上、より好ましくは2.0重量%以上で、かつ好ましくは5.0重量%以下、より好ましくは4.0重量%以下の石灰乳を添加して、石灰処理する。

【0047】石灰処理の手法自体は、従来の炭酸法に準じた手法を使用することができる。石灰処理は、例えば 1087  $\mathbb{C}\sim 100$   $\mathbb{C}$   $\mathbb{C$ 

【0048】次に、石灰処理した後の石灰処理汁を炭酸飽充する。炭酸飽充で使用する炭酸ガスは、従来の炭酸法で使用されているものと同様のものが使用できる。またボイラー燃焼ガスなどを使用することができる。また、炭酸飽充の手法も、従来の炭酸法と同様の手法が使用できる。例えば炭酸飽充は、石灰処理濾過汁のpHが約11になるまで行い、濾過後、さらに炭酸飽充をpHが約9.0になるまで行う。

【0049】石灰処理および炭酸飽充処理を終了した糖汁は、上記と同様に濾過される。かくして得られた糖汁では、還元糖がほぼ完全に分解されている。マグネシア接触処理のみでほとんど分解されずに残存した還元糖は、少量の石灰乳添加で従来の炭酸法と比較しても同等に除去され、還元糖を甜菜粗汁固形分当たり0.2%以下に減少させることができる。

【0050】本発明の方法においては、還元糖が除去されるとともに、濾過汁に溶存しているマグネシウムイオンも除去される。マグネシアを用いた従来の甜菜粗汁の清浄処理法では、後でマグネシウムイオンを取り除くための大規模なイオン交換樹脂が必要であったが、本発明においては、そのような大規模なイオン交換処理は必要ない。所望ならば、軟化用または脱塩用イオン交換樹脂を用いた小規模のイオン交換処理を行うこともできる。

【0051】本発明における方法で処理した場合、排出される排ケーキの量は炭酸法に比べ、約5分の1~4分の1となる。すなわち、従来の炭酸法においては、排出される排ケーキが白糖製品当たり水分50%換算として約45%を生じるが、本発明における方法で処理した場合、白糖製品トン当たり水分50%換算として約10%に減少する。

【0052】さらに、マグネシアは焼成によって再生され、繰り返し使用できるという利点を有する。例えば焼成マグネシアに、新品のマグネシアおよびパーライトを、それぞれ甜菜粗汁に対し粗汁固形分当たり0.6重量%および0.2重量%の量で補充し、補充分に相当する排ケーキを系外に引き抜くオーバーフロー方式でリサイクルケーキ量を一定に保って10サイクルの繰り返し使用を行なった場合、各サイクル毎のマグネシア接触処理汁は安定した品質のマグネシア接触処理汁であった。

なお、パーライトの補充量が新品のマグネシアの補充量 より大幅に少ないのは、リサイクルで蓄積される不溶性 の灰分がパーライトの代替の役割をするためと考えられる。また、濾過性の面でも、この補充量で問題はなかった。

【0053】このように、マグネシアは焼成によって繰り返し使用できるので、本発明の方法においては、マグネシア由来の排ケーキを著しく減少させることが出来る。

【0054】例えば新品のマグネシアとパーライトの補充量を前記リサイクルの条件と同様に、それぞれ甜菜粗汁に対し粗汁固形分当たり0.6重量%および0.2重量%とし、その後の石灰乳添加量をCaO換算で2.0重量%とすると、工程から系外に排出されるマグネシアと石灰の排ケーキの総重量は、排ケーキ水分を従来の炭酸法と同じ30%~50%として、従来の炭酸法の約5分の1~7分の1となる。

【0055】さらに、繰り返し使用し、再生能力の低下したマグネシア由来の排ケーキ(すなわち、系外にオーバーフローされた排ケーキ)はマグネシア肥料として有効に使用が可能である。よって、従来の炭酸法によって排出されるライムケーキに比べて、その処理に要する費用が大幅に低減できる。

【0056】さらには、本発明による甜菜粗汁を清浄する処理方法では、処理後の糖汁のにおいが従来の炭酸法より優れている。すなわち、甜菜特有のにおいが少ない。

【0057】また、本発明の方法において、炭酸飽充の操作も、石灰乳の使用量が約5分の1~4分の1となるので消石灰を購入し、また炭酸ガスはボイラーの燃焼ガスを使用することも可能であり、この場合工程の簡略化につながる。

【0058】従来の炭酸法では、多量の石灰乳の添加により甜菜粗汁が希釈され、結果的に多量の濃縮用の熱エネルギーを必要とするが、本発明の方法では、原則としてマグネシアを粉末の形で粗汁に添加するため、希釈にともなう濃縮用の熱エネルギーを必要としない。また従来の炭酸法では通常石灰を溶解するのに甘水を使用しているが、マグネシア接触処理では不要である。甜菜糖工場で発生する甘水の低減が可能な場合、その分濃縮用の水分蒸発熱エネルギーが節減できる。ただし、この場合には、甜菜の浸出工程を含めた製糖工程全体の甘水バランスをあらかじめ考慮しなければならない。

【0059】また、従来の炭酸法に使用する石灰乳は、通常製糖工場内で1000℃以上の高温で石灰岩から焼成された石灰を甘水に溶解して使用するため多量の熱エネルギーを要するが、本発明において使用するマグネシアは、500℃前後の温度で再生焼成が可能なため、従来法に比べて熱エネルギーを約10~20%節減することが可能である。したがって、従来の炭酸法における石

灰焼成炉と、本発明の方法で使用するマグネシアおよび 石灰の焼成炉に同種の燃料を使用する場合には、温室効 果の原因となる炭酸ガスの排出量も約15%削減可能で ある。

11

【0060】さらに、従来の炭酸法の石灰焼成炉の燃料としてはコークスを使用しているが、本発明の方法においてマグネシア焼成炉の燃料として灯油を使用すれば、焼成に伴って発生する炭酸ガスの排出量は、約35~45%の削減が可能である。

【0061】本発明の方法は、上記したように、甜菜粗 10 汁のマグネシアでの接触処理、濾過、石灰処理および炭酸飽充の順序で行うことが必要である。順序を逆にして、まず甜菜粗汁に石灰乳を添加しさらに炭酸飽充処理後、該処理濾過汁をマグネシアで接触処理した場合、石灰乳の使用量が従来の炭酸法より少ないので不純物の除去が十分に行われず、濾過性が極めて悪く、もしくは全く濾過することができない。よって、このような逆の順序でマグネシア接触処理と石灰処理および炭酸飽充とを組合わせても、実用化不可能であり工程上問題がある。また、後の濾過性を上げるために、マグネシア接触処理 20前の石灰処理において石灰乳の添加量を多くすれば、従来の炭酸法に比べて排ケーキ量は削減されない。

【0062】以上述べたように、甜菜粗汁のマグネシアでの接触処理、濾過、石灰処理および炭酸飽充をこの順序で組合せた本発明の清浄処理方法を使用すれば、「地球にやさしい製糖法」(廃棄物削減、温室効果ガス排出削減、省エネルギー、低公害など)を提供することができる。

【0063】本発明を、以下の実施例においてさらに詳しく説明するが、本発明はこれらに限定されるものでは 30ない。

## [0064]

【実施例】以下においては、各項目の分析は、「製糖便覧」(精糖技術研究会編、1962年6月30日発行、朝倉書店)記載のビート糖の分析方法に準じて測定した。固形分量(refBx)はレフブリックス計にて、見掛純糖率(A.pty)は、ドライレッド処理後、自動検糖計にて、還元糖量(R.S.)はオフナー法にて、pHはpHメーター計にて、色価(A.I.)は濾液をpH7.0に調整し、分光光度計にて、CaOまたはMgOの量はEDTA法にて、灰分(Ash)は硫酸灰分法にて測定した値である。

【0065】また、濾過性については、糖汁仕込み量を一定量(300ml)とし、一定条件(圧力;2Kg/cm²、温度;75℃、ろ紙;Whatman No. 54、有効径4.4cm、濾過面積;15.2cm²、テストろ過器;C.S.R.社の Test Filter)で加圧濾過をおこない、表2に以下に示す評価基準にて濾過性の結果を判断した。なお、従来の炭酸法における、粗汁固形分当たりCaO 12%添加による炭 50

酸飽充汁の濾過性を基準として、これを「普通」と評価 した。

12

# [0066]

### 【表2】

| 評価基準 | 濾過性   |
|------|-------|
| 1    | 濾過不能  |
| 2    | 非常に悪い |
| 3    | 悪い    |
| 4    | 普通    |
| 5    | 良好    |
| 6    | 非常に良好 |

なお、以下では、特に記載しない限り%は、重量%である。

【0067】<u>検討例1. マグネシア処理の際のマグネシア添加量の検討</u>

北海道の甜菜糖工場における現場の新鮮な甜菜粗汁各500gを温度75℃に加熱し、スターラーで撹拌しつつ、これに、粉末酸化マグネシウム(食品添加物規格、MgO含量97.2%、MgOの平均粒径が一次粒子として、0.1~0.3 $\mu$ mで、その98%以上が二次粒子として、44 $\mu$ mパスの粒度のもの)およびパーライト(食品添加物規格、平均粒径15 $\mu$ m)を十分に混合したものを添加した。粉末酸化マグネシウムの添加量は、粗汁固形分当たりそれぞれ2,4,7,10および15%であり、パーライトの添加量は粉末酸化マグネシウムの2倍重量であった。混合物を温度75℃で30分間接触撹拌した。

【0068】このマグネシア接触処理汁を、濾過性を評価しながら濾過した後、急冷し、分析に供した。その分析結果を以下の表3に示す。

【0069】また、上記と同一の甜菜粗汁を従来の炭酸法で処理した場合の分析も同時に行い、表3に併記した。すなわち、甜菜粗汁500gに、従来の炭酸法と同じく、粗汁固形分当たりCaOとして12%の石灰乳

(商品名 試薬特級 水酸化カルシウム、和光純薬

(株)製)を徐々に添加し、87~90℃で10分間接触撹拌し、その後撹拌を続けながら同温度にて炭酸ガスボンベを用いてpH11.3になるまで約20分間炭酸飽充をおこなった。炭酸飽充終了後、同温度で5分間エージングした後、濾過性を評価しながら濾過し、さらに濾過汁を90~93℃に加熱し、同温度で10分間撹拌した後、再び炭酸ガスボンベを用いてpH9.0~9.3になるまで約5分間炭酸飽充を行った。炭酸飽充終了後、同温度で5分間エージングし、濾過した後、急冷し、分析に供した。

【0070】「マグネシアの添加量と見掛純糖率 (A.pty)との関係」を図1に、「マグネシアの添加量と色価 (A.I.) との関係」を図2に示す。

[0071]

【表3】

| 10         |      |      |      |       |          |      | 14            |
|------------|------|------|------|-------|----------|------|---------------|
|            |      |      | マグ   | ネシア接触 | 业处理      |      | 従来の炭酸法        |
| 分析項目       | 甜菜   |      |      |       | 理濾過計     |      | 炭酸飽充濾過汁       |
| 37130      | 粗汁   |      | マグネシ | ア添加量  | (MgO/Bx) | )    | 石灰添加量(CaO/Bx) |
|            |      | 2 %  | 4 %  | 7 %   | 10%      | 15%  | 12%           |
| 固形分(refBx) | 16.3 | 16.6 | 16.1 | 16.2  | 16.1     | 15.9 | 17.3          |
| 見掛純糖率      | 89.7 | 90.2 | 91.1 | 91.8  | 92.1     | 92.3 | 91.6          |
| (A.pty)    |      |      |      |       |          |      | ļ             |
| 還元糖        | 0.90 | 0.86 | 0.81 | 0.78  | 0.76     | 0.70 | 0.07          |
| (%R.S/Bx)  |      |      |      | l     |          |      |               |
| 色価(A,I.)   | *    | 2100 | 1520 | 1200  | 1000     | 680  | 1580          |
| 灰分量        | 3.70 | 3.67 | 3.24 | 2.85  | 2.87     | 2.85 | 2.91          |
| (%/Bx)     |      |      |      |       |          |      |               |
| CaO/Bx     | 400  | 110  | 110  | 110   | 110      | 110  | 110           |
| (ppm)      |      |      |      |       |          |      |               |
| MgO/Bx     | 2380 | 4090 | 2580 | 1800  | 1330     | 910  | 20            |
| (ppm)      |      |      |      |       |          |      |               |
| pН         | 5.8  | 10.3 | 10.4 | 10.5  | 10.7     | 10.7 | 9.3           |
| 濾過性        | -    | 5    | 6    | 6     | 6        | 6    | 4             |

<sup>\*</sup> 保存条件で変化しやすいために色価(A.I.)測定不可能

上記表3の結果および図1から、見掛純糖率は、マグネ シアの添加量が甜菜粗汁の粗汁固形分あたり約6重量% において従来の炭酸法とほぼ同等であり、マグネシアの 添加量が多くなるにつれて上昇していることがわかる。 また上記表3の結果および図2から、色価についても同 が約4重量%において従来の炭酸法とほぼ同等であり、 それ以上の添加量では炭酸法に優る脱色を示した。

【0072】また上記表3の結果から、カルシウムイオ ンは、従来の炭酸法と同等に除去されていることがわか る。マグネシウムイオンについてはいずれも高く、甜菜 粗汁の粗汁固形分あたりマグネシアの添加量が7重量% 以上では原料の甜菜粗汁に比較すれば減少しているが、 従来の炭酸法に比べて非常に高い。

【0073】さらに、マグネシアの添加量に関わらず従 来の炭酸法に比較して還元糖の分解は少ないため、極め 30 て大きな着色の原因となる問題が残される。

【0074】検討例2.マグネシア処理の際の接触温度\*

# \* と接触時間の検討

検討例1で使用したのと同様(同一工場、同一時期)の 甜菜粗汁各500gを、温度50、60、70、80お よび90℃にそれぞれ加熱した。スターラーで撹拌しつ つ、各設定温度の粗汁に対し、酸化マグネシウム(検討 様に、甜菜粗汁の粗汁固形分あたりマグネシアの添加量 20 例1と同様のもの)を粗汁固形分当たり4%と、酸化マ グネシウムの2倍重量のパーライト(検討例1と同様の もの)を充分混合したものを添加し、各設定温度で30 分間または60分間接触撹拌した。

> 【0075】このマグネシア接触処理汁を濾過した後、 急冷し、分析に供した。マグネシア接触処理の際の各接 触温度および時間における分析結果を表 4 に示す。

> 【0076】また、接触温度と色価との関係を図3に、 接触温度とマグネシウムイオン量との関係を図4に、接 触温度と還元糖の関係を図5に示す。

[0077] 【表4】

|          |      |      | マグネシア接触処理後の濾過汁   |      |      |        |      |      |      |      |      |
|----------|------|------|------------------|------|------|--------|------|------|------|------|------|
| 分析       | 甜菜   | -    | マグネシア接触処理温度および時間 |      |      |        |      |      |      |      |      |
| 項目       | 粗汁   | 50   | $^{\circ}$       |      | C    | ****** | C    |      | C    | 90   | T    |
|          |      | 30分  | 60分              | 30分  | 60分  | 30分    | 60分  | 30分  | 60分  | 30分  | 60分  |
| 固形分      | 16.2 | 16.0 | 16.0             | 16.4 | 16.8 | 16.1   | 17.0 | 16.5 | 17.5 | 16.9 | 18.2 |
| (ref Bx) |      |      |                  |      |      |        |      |      |      |      |      |
| 見掛純      | 90.0 | 89.9 | 90.1             | 90.8 | 91.0 | 91.4   | 91.6 | 91.3 | 91.2 | 91.5 | 91.3 |
| 糖率       |      |      |                  |      |      |        |      | }    | 1    |      |      |
| (A.pty)  |      |      |                  |      |      |        | ·    |      |      |      |      |
| 還元糖      | 1.05 | 1.01 | 0.94             | 0.96 | 0.89 | 0.92   | 0.78 | 0.87 | 0.70 | 0.81 | 0.64 |
| (%       |      |      |                  |      |      | i      |      |      |      |      |      |
| R.S./Bx) |      |      |                  |      |      |        |      |      |      |      |      |
| 色価       | -*   | 5830 | 3500             | 2300 | 2050 | 1620   | 1600 | 1650 | 1800 | 1740 | 2500 |
| (A.L.)   |      |      |                  |      |      |        |      |      |      |      |      |
| CaO/Bx   | 400  | 110  | 110              | 110  | 110  | 110    | 110  | 110  | 110  | 110  | 110  |
| (ppm)    |      |      |                  |      |      |        |      |      |      |      |      |
| MgO/Bx   | 2360 | 4680 | 4100             | 3550 | 3300 | 2800   | 2550 | 2380 | 2130 | 2150 | 2000 |
| (ppm)    |      |      |                  |      |      |        |      |      |      |      |      |
| pН       | 5.7  | 10.4 | 10.4             | 10.4 | 10.3 | 10.3   | 10.3 | 10.2 | 10.2 | 10.2 | 10.1 |

保存条件で変化しやすいために色価(A.I.)測定不可能

上記表4の結果、図3および図4から、マグネシア接触 処理する際の温度は、脱色性すなわち色価の減少率およ びマグネシウムイオン量の低下から、60℃~90℃が 50

好ましいことがわかった。また70℃においては、最も 脱色性がよかった。

【0078】さらに、マグネシア接触処理した際の接触

時間と還元糖の量の関係については、接触時間による還元糖量の差はほとんどみられなかった。しかしながら、マグネシアで接触処理する際の温度が高くなるほど、還元糖量がわずかに減少するため、還元糖量の減少という点からは、甜菜粗汁をマグネシアで接触処理する際の温度は、約70℃以上が好ましいことがわかった。

【0079】見掛純糖率については、マグネシアで接触処理する際の温度が70℃の時が最も高く、またマグネシウムイオン量は、温度が高くなるほど低くなっていた。

【0080】また、マグネシア接触処理する際の接触時間は、工場の実工程の操作を考慮しても30分から1時間程度が、目的を達成するため適当であることがわかった。

検討例3. マグネシア接触処理後の石灰処理における石 灰乳添加量の検討

検討例 1 と同様 (同一工場、同一時期) の甜菜粗汁各 2,500gを温度75℃に加熱した。スターラーで撹拌しつつ、各粗汁に対し、酸化マグネシウム (検討例 1 と同じもの) を粗汁固形分当たり4%および6%、およ 20 び酸化マグネシウムの2倍重量のパーライト (検討例 1 と同じもの)を十分混合したものを添加し、温度75℃で30分間接触処理させ、撹拌した。

【0081】このマグネシア接触処理汁を濾過した後、 急冷し、濾過汁の一部を分析に供して(マグネシア接触\* \* 処理濾過汁)、引き続き石灰処理を行った。

【0082】石灰処理は、上記マグネシア接触処理濾過 汁各500g を温度87~90 ℃に加熱し、スターラー で撹拌しつつ、水酸化カルシウムを、石灰乳の形で濾過 汁固形分当たりCaO換算で0.5%、2%、4%および7%の量で添加し、温度87~90 ℃で10分間撹拌 した。

【0083】次に、同温度で炭酸ガスボンベを使用し、pHが10.7になるまで炭酸飽充をおこなった(この場合、飽充時間は約10~20分であった)。同温度で10分間エージング後、濾過性を評価しながら濾過した。

【0084】次に、上記濾過汁をさらに $90\sim93$ ℃に加熱し、 $pH9.0\sim9.3$ を目標に、再度炭酸飽充をおこなった。これを濾過した後、急冷し、分析に供した。

【0085】マグネシア接触処理におけるマグネシア添加量が4%の場合の結果を表5に、6%の場合の結果を表6にそれぞれ示す。

) 【0086】また、石灰乳添加量を変えたときの、石灰 処理および炭酸飽充後の濾過汁の見掛純糖率、色価、還 元糖、灰分、カルシウムイオンおよびマグネシウムイオ ンの分析値の変化を、それぞれ図6~11に示す。

[0087]

【表5】

| 一部を分析に供      | C ( ( ) | クネング接 |                  | 表5】   |           |      |  |  |
|--------------|---------|-------|------------------|-------|-----------|------|--|--|
|              | 甜菜      | マグネシア | 石灰処理および炭酸飽充後の濾過汁 |       |           |      |  |  |
| 分析項目         | 粗汁      | 接触処理  |                  | 石灰乳添加 | 量(CaO/Bx) |      |  |  |
|              | 7H.(1   | 滤過汁** | 0.5%             | 2%    | 4%        | 7%   |  |  |
| 固形分(refBx)   | 16.0    | 16.2  | 17.3             | 17.8  | 17.6      | 17.8 |  |  |
| 見掛純糖率        | 89.3    | 90.7  | 90.6             | 91.5  | 92.1      | 92.2 |  |  |
| (A.pty)      |         |       |                  |       |           |      |  |  |
| 還元糖          | 0.98    | 0.85  | 0.27             | 0.09  | 0.09      | 0.06 |  |  |
| (%R.S./Bx)   | 1       | ]     |                  |       |           |      |  |  |
| 色価(A.I.)     | _*      | 1580  | 2580             | 1990  | 1550      | 1250 |  |  |
| 灰分置 (%/Bx)   | 3.42    | 3.04  | 2.84             | 2.75  | 2.59      | 2.53 |  |  |
| CaO/Bx (ppm) | 295     | 30    | 460              | 450   | 185       | 80   |  |  |
| MgO/Bx (ppm) | 2500    | 2740  | 1180             | 115   | 95        | 110  |  |  |
| рH           | 5.8     | 10.4  | 9.4              | 9.0   | 9.0       | 8.9  |  |  |
| 濾過性          | _       | 6     | 4                | 5     | 6         | 6    |  |  |

\* 保存条件で変化しやすいために色価(A.I.)測定不可能

\*\* マグネシア接触処理におけるマグネシア添加量が4重量%(甜菜粗汁固形分当たり)

### [0088]

※ ※ 【表6】

|              |        |              | <i>&gt;</i> | 130 1          |           |      |
|--------------|--------|--------------|-------------|----------------|-----------|------|
|              | 甜菜     | マグネシア        | 石灰          | <b>F処理および炭</b> | 酸飽充後の濾    | 過汁   |
| 分析項目         | 租汁     | 接触処理         |             | 石灰乳添加          | 量(CaO/Bx) |      |
|              | AH ( ) | <b>遊過汁**</b> | 0.5%        | 2%             | 4%        | 7%   |
| 固形分(refBx)   | 16.1   | 16.2         | 18.2        | 18.4           | 18.1      | 18.7 |
| 見掛純糖率        | 89.5   | 91.5         | 91.1        | 92.0           | 92.5      | 92.7 |
| (A.pty)      |        |              |             |                |           |      |
| 還元糖          | 1.02   | 0.86         | 0.53        | 0.10           | 0.08      | 0.06 |
| (%R.S./Bx)   |        | 1 1          |             |                |           |      |
| 色価(A.J.)     | _*     | 1145         | 2685        | 1660           | 1380      | 1150 |
| 灰分量 (%/Bx)   | 3.92   | 3.03         | 2.75        | 2.65           | 2.56      | 2.52 |
| СаО/Вх (ррт) | 410    | 60           | 410         | 350            | 260       | 50   |
| MgO/Bx (ppm) | 2360   | 2180         | 790         | 200            | 15        | 70   |
| рН           | 5.8    | 10.5         | 9.2         | 8.9            | 9.1       | 9.1  |
| 滤過性          | _      | 6            | 4           | 5              | 6         | 6    |

\* 保存条件で変化しやすいために色価(A.I.)測定不可能

\*\* マグネシア接触処理におけるマグネシア添加量が6重量%(甜菜粗汁固形分当たり)

上記表5および6ならびに図8から、マグネシアで接触処理した後の濾過汁に、濾過汁固形分当たりCaO換算でほぼ1.0重量%以上の石灰乳の添加により、還元糖がよく分解されていることがわかる。特に、粗汁固形分当たりCaO換算で2.0重量%以上においては、還元

17

がよく分解されていることがわかる。特に、粗汁固形分当たり Ca O換算で 2. 0重量%以上においては、還元糖を 0. 1%以下(従来の炭酸法並みの量)まで除去することが出来た。

【0089】また、上記表5および6ならびに図11から、石灰乳の添加で、マグネシウムイオンの量も、マグネシア接触処理濾過汁に比べ大幅に減少していることが 10わかった。

#### 【0090】実施例1

北海道の甜菜糖工場における現場の新鮮な甜菜粗汁2000gを温度75℃に加熱した。スターラーで撹拌しつつ、これに、粉末酸化マグネシウム(上記検討例1で使用したものと同じ)を、粗汁に対し粗汁固形分当たり4%および酸化マグネシウムの2倍重量のパーライト(上記検討例1で使用したものと同じ)を十分に混合したものを添加した。温度75℃で30分間接触撹拌後、濾過性を評価しつつ濾過した。この濾過液を、マグネシア処20理汁と称する。

【0091】次に、上記マグネシア処理汁を石灰処理に供した。石灰処理は、次のようにして行った:上記マグネシア処理汁を温度 $87\sim90$ ℃に加熱し、スターラーで撹拌しつつ、これに、水酸化カルシウムを石灰乳の形でマグネシア処理汁固形分当たりCaO換算で3%の量で添加し、温度 $87\sim90$ ℃で10分間撹拌した。この\*

\* 処理液を、石灰処理汁と称する。

【0092】次に、温度87~90℃にて炭酸ガスボンベを用いて、pHが10.7になるまで約15分間、上記石灰処理汁に炭酸飽充を行い、同温度で10分間エージング後、濾過性を評価しながら濾過した。この処理液を、炭酸飽充処理汁と称する。

【0093】次に、上記炭酸飽充処理汁をさらに90~93℃に加熱し、pH9.0~9.3を目標に、再度炭酸飽充を行った。濾過後、急冷し分析に供した。この処理液を、清浄汁(A)と称する。

【0094】各分析の結果を、表7に示す。

【0095】比較例1 (従来の炭酸法)

実施例1と同一の甜菜粗汁2000gに、マグネシア接触処理を行うことなく、粗汁固形分当たりCaOとして12%の石灰乳を添加し、87~90℃で10分間接触撹拌した。その後、同温度にて炭酸ガスボンベを用いて約pH11.3になるまで約20分間炭酸飽充をおこなった。炭酸飽充終了後、同温度で5分間エージング後、濾過性を評価しつつ濾過した。この濾過汁をさらに90~93℃に加熱し、同温度で10分間攪拌した。再び炭酸ガスボンベを用いて約pH9.0~9.3になるまで約5分間炭酸飽充をおこなった。炭酸飽充終了後、同温度で5分間エージングした。濾過した後、急冷し、分析に供した。この処理液を、清浄汁(B)と称する。

【0096】各分析の結果を、表7に併記する。

[0097]

【表7】

| 0001031      | 113611 070 |       | 13211  |        |
|--------------|------------|-------|--------|--------|
| 分析項目         | 甜菜粗汁       | マグネシア | 清浄汁(A) | 清浄汁(B) |
| ガを持日         | 加米加门       | 処理汁   | (実施例1) | (比較例1) |
| 固形分(refBx)   | 16.1       | 17.1  | 17.5   | 17.7   |
| 見掛純糖率        | 89.5       | 91.2  | 92.0   | 91.5   |
| (A.pty)      |            |       |        |        |
| 還元糖          | 1.02       | 0.89  | 0.08   | 0.05   |
| (%R.S/Bx)    | i i        |       |        |        |
| 色価(A.I.)     | _*         | 1450  | 1560   | 1700   |
| 灰分量 (%/Bx)   | 3.75       | 3.25  | 2.60   | 2.75   |
| СаО/Вх (ррп) | 410        | 60    | 150    | 140    |
| MgO/Bx (ppm) | 2360       | 2280  | 70     | 30     |
| pН           | 5.8        | 10.4  | 9.2    | 9.3    |
| <b>連過性</b>   | 1 - 1      | 6     | 5      | 4      |

<sup>\*</sup> 保存条件で変化しやすいために色価(A.I.)測定不可能

上記表7からわかるように、甜菜粗汁をマグネシアで接触処理後濾過し、該濾過汁に石灰乳を添加し、さらに炭 40酸飽充し処理した場合、従来の炭酸法と同等の清浄汁を得ることが出来、さらに色価については従来の炭酸法より優れていた。

### 試験例1

実施例1で得られた清浄汁(A)および比較例1で得られた清浄汁(B)を用い、甜菜特有のにおいが除去されているかどうかについて、官能検査をおこなった。官能検査は、次のようにして行った:各清浄汁をBx10.※

※ 0 になるように蒸留水で希釈し、この希釈糖汁 1 0 0 m 40 1 を 3 0 0 m l の三角フラスコに入れて、約 4 0 ℃に加温した。パネラー(a ~ e )5 名が、このフラスコを振りながらフラスコの口に鼻を当てて、清浄汁(A)および(B)について、表 8 に示す 4 段階の評価基準にしたがって評価をおこなった。

【0098】その結果を表9に示す。

[0099]

【表8】

評価段階 評価基準

1 甜菜特有のにおいがほとんど感じられない。

2 甜菜特有のにおいがやや感じられる。

\_3 甜菜特有のにおいが感じられる。

[0100]

|        | * * 【表9】 |          |   |   |   |  |
|--------|----------|----------|---|---|---|--|
| パネラー   | a        | <u>b</u> | с | d | е |  |
| 清浄汁(A) | 1        | 1        | 1 | 1 | 1 |  |
| 清浄汁(B) | 2        | 2        | 2 | 2 | 2 |  |

いずれのパネラーからも、実施例1で得られた清浄汁 (A) は清浄汁 (B) に比べて、甜菜特有のにおいがほ できた。よって本発明の方法は、品質の面で従来の炭酸 法より優れていることがわかった。

### 【0101】試験例2

実施例1で得られた清浄汁(A)および比較例1で得ら れた清浄汁(B)を用い、甜菜特有のにおいが除去され ているかどうかについて、官能検査をおこなった。官能 検査は、各清浄汁をBx10. 0になるように蒸留水で※

※希釈し、この希釈糖汁100mlを300mlの三角フ ラスコに入れて、約40℃に加温した。どちらの方法で とんど感じられない、という共通した意見を得ることが 10 処理したサンプルであるかを明らかにせずに、パネラー 10名(a~j)が清浄汁(A)および(B)のフラス コを振りながらフラスコの口に鼻を当ててにおいをか ぎ、においの少ないサンプルについて提示した。

【0102】その結果を表10に示す。

[0103]

【表10】

| パネラー        | а | Ъ  | C | d | _ е | f | g | h | i | j |
|-------------|---|----|---|---|-----|---|---|---|---|---|
| においの少ないサンプル | A | A_ | A | A | A   | A | A | A | A | Δ |

いずれのパネラーも、実施例1で得られた清浄汁(A) のほうが、比較例1で得られた清浄汁(B)よりもにお いが少ないという共通した意見であった。

#### 【0104】参考例1 マグネシアのリサイクル試験

(1) 北海道の甜菜糖工場における現場の新鮮な甜菜粗 汁3000gを温度75℃に加熱した。スターラーで攪 拌しつつ、この粗汁に、粉末酸化マグネシウム(検討例 1と同じもの)を甜菜粗汁に対し粗汁固形分当たり4% および酸化マグネシウムの2倍重量のパーライト(検討 度75℃で30分間接触攪拌した後、濾過し、粉末マグ ネシアからなるスイート・ケーキと濾過汁とに分けた。 この濾過汁をマグネシア接触処理汁と称する。

(2) 上記スイート・ケーキを熱水で洗糖し、脱糖処理 後、実験室電気炉で500℃、30分間焼成し、焼成マ グネシアを得た。この焼成マグネシアを上記(1)の処 理に用いて、10回のマグネシアのリサイクル試験をお★ ★こなった。ここで、1サイクルとは、甜菜粗汁に上記 (1)の処理をし、得られた濾過ケーキを上記(2)の 処理で再生して焼成マグネシアを得ることをいう。

【0105】なお、2サイクル目より、上記(2)のよ うにして得た焼成マグネシア (リサイクルマグネシア) を甜菜粗汁に添加した。その際に、新品のマグネシアお よびパーライトを、それぞれ粗汁に対し粗汁固形分当た り0.6%および0.2%の量で補充した。なお補充の 際、新品のマグネシアおよびパーライトの補充分に相当 例1と同じもの)を十分に混合したものを添加した。温 30 する量を、添加するリサイクルマグネシアの量からあら かじめ差し引いた。

> 【0106】また、甜菜粗汁は、経時変化による品質の 差が大きいため、毎朝工場でサンプリングした表11に 示す甜菜粗汁を各サイクル毎に使用した。分析結果を表 12に示す。

[0107]

【表11】

| サイクル数       |            | 甜菜粗汁のタ       | <b>分析值</b>    |     |
|-------------|------------|--------------|---------------|-----|
| 7 1 7 77 30 | 固形分(refBx) | 見掛純糖率(A.pty) | 還元糖(%R.S./Bx) | рΗ  |
| 1           | 16.0       | 89.4         | 0.96          | 5.8 |
| 2           | 16.2       | 89.7         | 0.75          | 5.8 |
| 3           | 15.9       | 90.1         | 0.98          | 6.0 |
| 4           | 16.3       | 89.8         | 1.24          | 5.8 |
| 5           | 16.4       | 89.6         | 1.42          | 5.8 |
| 6           | 16.2       | 90.3         | 0.85          | 6.1 |
| 7           | 16.2       | 89.1         | 1.30          | 5.8 |
| 8           | 16.2       | 89.2         | 1.21          | 5.7 |
| 9           | 15.7       | 89.0         | 1.34          | 5.8 |
| 10          | 15.7       | 88.7         | 1.40          | 5.7 |

| <i>L</i> 1 |                |                  |                   |      | ~~           |  |  |  |
|------------|----------------|------------------|-------------------|------|--------------|--|--|--|
|            | マグネシア接触処理汁の分析値 |                  |                   |      |              |  |  |  |
| サイクル数      | 固形分<br>(refBx) | 見掛純糖率<br>(A.pty) | 還元糖<br>(%R.S./Bx) | pН   | 色価<br>(A.I.) |  |  |  |
| 1          | 17.0           | 90.7             | 0.86              | 10.4 | 1809         |  |  |  |
| 2          | 17.1           | 91.7             | 1.43              | 10.3 | 2929         |  |  |  |
| 3          | 16.9           | 90.7             | 0.92              | 10.4 | 2714         |  |  |  |
| 4          | 17.4           | 90.5             | 1.15              | 10.2 | 2670         |  |  |  |
| 5          | 17.2           | 92.4             | 0.80              | 10.3 | 2391         |  |  |  |
| 6          | 17.1           | 91.7             | 0.73              | 10.5 | 2348         |  |  |  |
| 7          | 17.1           | 90.8             | 1.18              | 10.6 | 2617         |  |  |  |
| 8          | 17.1           | 90.2             | 1.13              | 10.3 | 2563         |  |  |  |
| 9          | 16.5           | 90.4             | 1.35              | 10.3 | 1960         |  |  |  |
| 10         | 17.2           | 90.3             | . 0.83            | 10.1 | 2833         |  |  |  |

表12からわかるように、焼成マグネシアに新品のマグネシアをそれぞれ甜菜粗汁に対し粗汁固形分当たり0.6%を補充することにより、10サイクルの繰り返し使用を行なっても、各サイクル毎のマグネシア接触処理汁は安定した品質のマグネシア接触処理汁であった。

【0109】このように、マグネシアは焼成によって繰り返し使用できることから、マグネシア由来の排ケーキを著しく減少させることが出来る。

# 【0110】参考例2

# (1) 本発明の方法による清浄処理

北海道の甜菜糖工場における現場の新鮮な甜菜粗汁2000gを温度75℃に加熱した。スターラーで撹拌しつつ、これに、粉末酸化マグネシウム(上記検討例1で使用したものと同じ)を、粗汁に対し粗汁固形分当たり4%および酸化マグネシウムの2倍重量のパーライト(上記検討例1で使用したものと同じ)を十分に混合したものを添加した。温度75℃で30分間接触撹拌後、濾過性を評価しつつ濾過した。

【0111】次に、上記濾過汁を石灰処理に供した。石灰処理は、次のようにして行った:上記濾過汁を温度87~90℃に加熱し、スターラーで撹拌しつつ、これに、水酸化カルシウムを石灰乳の形で濾過汁固形分当たりCaO換算で3%の量で添加し、温度87~90℃にて炭酸ガスボンベを用いて、pHが10.7になるまで約15分間、上記石灰処理汁に炭酸飽充を行い、同温度で10分間エージング後、濾過性を評価しながら濾過した。次に、上記炭酸飽充処理汁をさらに90~93℃に加熱し、pH9.0~9.3を目標に、再度炭酸飽充を行った後、濾過した。かくして、清浄汁(C)を得た。

# (2) 従来の炭酸法による清浄処理

 て約 $pH9.0\sim9.3$ になるまで約5分間炭酸飽充をおこなった。炭酸飽充終了後、同温度で5分間エージングした。これを濾過して、清浄汁(D)を得た。

#### (3) イオン交換処理

上記(1)で得た清浄汁(C)および上記(2)で得た清浄汁(D)を、さらにイオン交換樹脂に、同じ条件で通液した。イオン交換は、まず軟化用イオン交換樹脂30ml(Na形の強塩基性イオン交換樹脂、商品名アンバーレックス100-Na形、ロームアンドハー20ス(株)製)に通液した(ここで得られた糖汁を、イオン交換樹脂軟化汁と称する)後、脱色用イオン交換樹脂、商品名ダイヤイオン PA308-C1形、三菱化学(株)製)に通液する(ここで得られた糖汁を、イオン交換樹脂への通液多件は、どちらも同一であり、70℃、SV=10で、カルシウムイオンおど/またはマグネシウムイオンがリークするまで通液した。また、各々のイオン交換樹脂は、新品を用いた。

【0112】それぞれの分析値を比較した。その結果 を、表13(清浄汁(C))および表14(清浄汁 (D))に示す。

【0113】さらに、それぞれの清浄汁(C)および(D)を脱色用イオン交換樹脂に通液した処理汁について、加熱した場合の着色程度を確認するため、それぞれの清浄汁を同時にオートクレーブにて120℃まで加熱処理し(ここで得られた糖汁を、イオン交換樹脂加熱汁とする)、その際の着色程度も比較した。なお、オートクレーブが120℃に達するには約30分間を要し、到達温度120℃でメインスイッチを切り、60℃に戻るまで約120分間を要した。60℃に戻った時点でオートクレーブより取り出し急冷後分析した。その結果を、表13および表14に併記する。

【0114】また、本発明の方法で得た清浄汁または従来の炭酸法で得た清浄汁をイオン交換樹脂でさらに処理した際の見掛純糖率の変化を図12に、また色価の変化を図13に示す。

[0115]

【表13】

22

23 表 1 3 本発明の方法により得た清浄計のイオン交換樹脂による処理後の分析値

| 分析項目              | 甜菜粗汁  | 清浄汁(C) | イオン交換<br>樹脂軟化汁 | イオン交換<br>樹脂脱色汁 | イオン交換<br>樹脂加熱汁 |
|-------------------|-------|--------|----------------|----------------|----------------|
| 固形分(refBx)        | 16.0  | 18.0   | 16.8           | 15.6           | _              |
| 見掛純糖率<br>(A.pty)  | 89.8  | 92.3   | 92.5           | 93.8           | _              |
| 還元糖<br>(%R.S./Bx) | 0.82  | 0.07   | 0.06           | 0.01           | 0.04           |
| 色価(A.I.)          | _*    | 1,460  | 1,330          | 70             | 165            |
| 灰分景 (%/Bx)        | 3.38  | 2.67   | 2.40           | 2.39           |                |
| CaO/Bx (ppm)      | 390   | 105    | 25             | 0              |                |
| MgO/Bx (ppm)      | 2,300 | 75     | 20             | 20             |                |
| pН                | 5.7   | 9.0    | 9.0            | 8.4            | 8.4            |

\* 保存条件で変化しやすいために色価(A.I.)測定不可能

# [0116]

\* \* 【表 1 4 】 表 1 4 従来の炭酸法により得た清浄汁のイオン交換樹脂による処理後の分析値

| 分析項目         | 甜菜粗汁  | 清浄汁(D) | イオン交換<br>樹脂軟化汁 | イオン交換<br>樹脂脱色汁 | イオン交換<br>樹脂加熱汁 |
|--------------|-------|--------|----------------|----------------|----------------|
| 固形分(refBx)   | 16.0  | 17.3   | 16.5           | 15.1           | _              |
| 見掛純糖率        | 90.0  | 91.9   | 92.3           | 93.7           | -              |
| (A.pty)      |       |        | İ              |                | 1              |
| 還元糖          | 0.72  | 0.07   | 0.07           | 0.01           | 0.03           |
| (%R.S./Bx)   |       |        |                |                |                |
| 色価(A.I.)     | _*    | 1,580  | 1,780          | 125            | 215            |
| 灰分量 (%/Bx)   | 3.27  | 2.57   | 2.31           | 2.29           | _              |
| CaO/Bx (ppm) | 380   | 110    | 0              | 0              | _              |
| MgO/Bx (ppm) | 2,220 | 20     | 20             | 0              |                |
| pН           | 5.8   | 9.3    | 9.8            | 8.8            | 8.7            |

\* 保存条件で変化しやすいために色価(A.I.)測定不可能

本発明における方法で処理した清浄汁をイオン交換樹脂で処理した場合、純糖率、還元糖、灰分などの除去率は、従来の炭酸法による清浄汁をイオン交換樹脂で処理した場合と同等以上であり、色価においては、従来の炭酸法よりもすぐれていた。また、加熱着色試験においても、色価において従来の炭酸法以上の結果を得ることが 30 出来た。

### [0117]

【本発明の効果】本発明によれば、甜菜粗汁の清浄処理 を、排ケーキおよび炭酸ガスの量を低減すると共に低コ ストで行うことができ、しかも従来の炭酸法と同等以上 の白糖品質を維持向上できる。

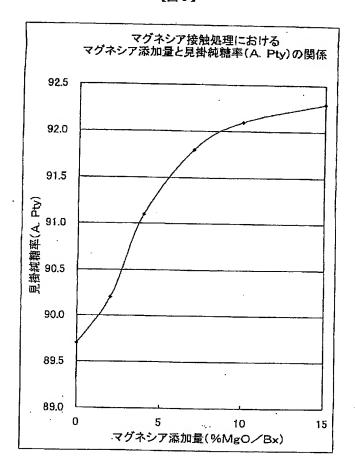
### 【図面の簡単な説明】

- 【図1】 検討例1において、マグネシアの添加量と見掛純糖率との関係を示す図である。
- 【図2】 検討例1において、マグネシアの添加量と色 40 価との関係を示す図である。
- 【図3】 検討例2において、接触温度と色価との関係を示す図である。
- 【図4】 検討例2において、接触温度とマグネシウム イオン量との関係を示す図である。
- 【図5】 検討例2において、接触温度と還元糖との関係を示す図である。
- 【図6】 検討例3において、石灰乳添加量を変えたと

きの石灰処理および炭酸飽充後の濾過汁の純糖率の変化 を示す図である。

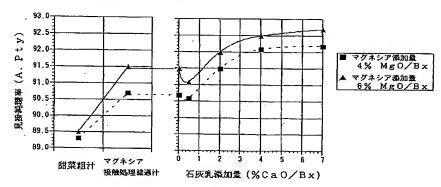
- 【図7】 検討例3において、石灰乳添加量を変えたときの石灰処理および炭酸飽充後の濾過汁の色価の変化を示す図である。
- 【図8】 検討例3において、石灰乳添加量を変えたときの石灰処理および炭酸飽充後の濾過汁の還元糖の変化を示す図である。
- 【図9】 検討例3において、石灰乳添加量を変えたときの石灰処理および炭酸飽充後の濾過汁の灰分の変化を示す図である。
- 【図10】 検討例3において、石灰乳添加量を変えたときの石灰処理および炭酸飽充後の濾過汁のカルシウムイオンの変化を示す図である。
- 【図11】 検討例3において、石灰乳添加量を変えたときの石灰処理および炭酸飽充後の濾過汁のマグネシウムイオンの変化を示す図である。
- 【図12】 参考例2において、本発明の方法で得た清浄汁と従来の炭酸法で得た清浄汁とをイオン交換樹脂でさらに処理した場合の見掛純糖率の変化を示した図である。
- 【図13】 参考例2において、本発明の方法で得た清浄汁と従来の炭酸法で得た清浄汁とをイオン交換樹脂でさらに処理した場合の色価の変化を示した図である。

【図1】

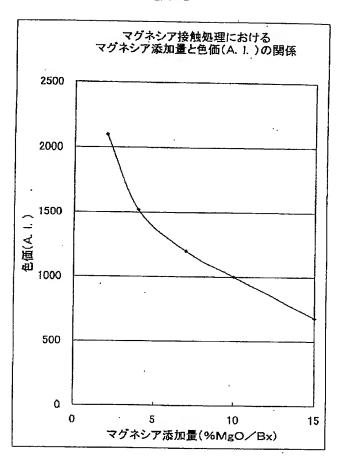


【図6】

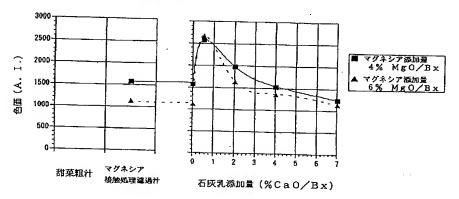
石灰乳添加量と見掛純糖率 (A. Pty) の関係



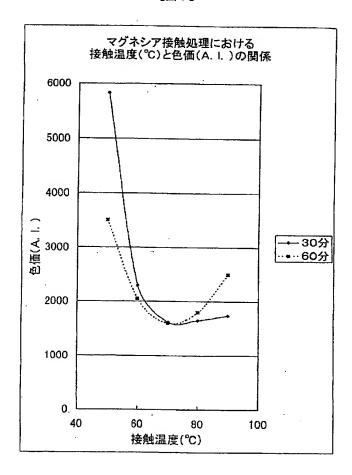
【図2】



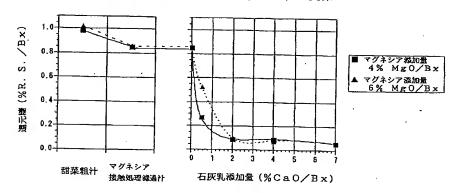
【図7】 石灰乳添加量と色価(A. I.)の関係



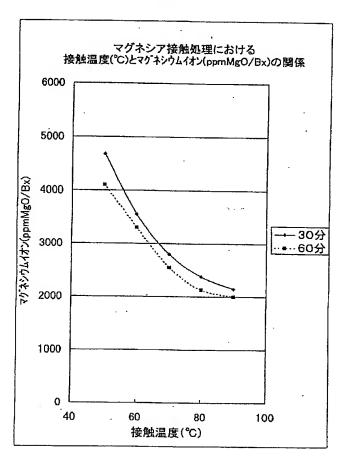
【図3】



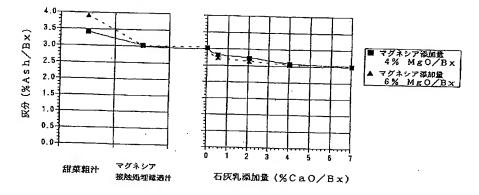
【図8】 石灰乳添加量と還元糖 (%R.S./Bx)の関係



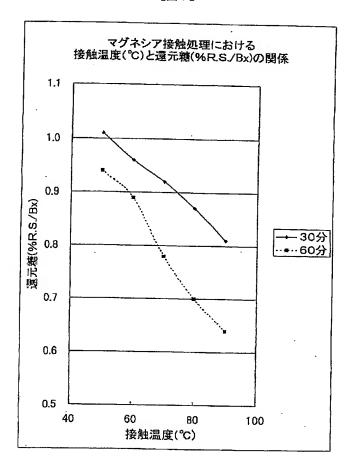
【図4】



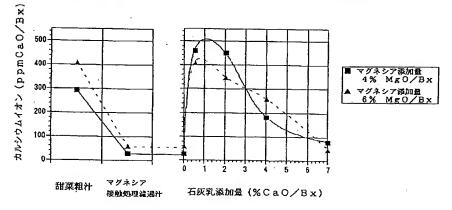
【図9】 石灰乳添加量と灰分(%Ash/Bx)の関係



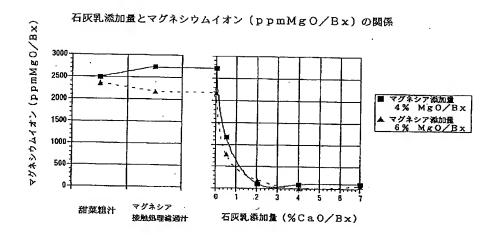
【図5】



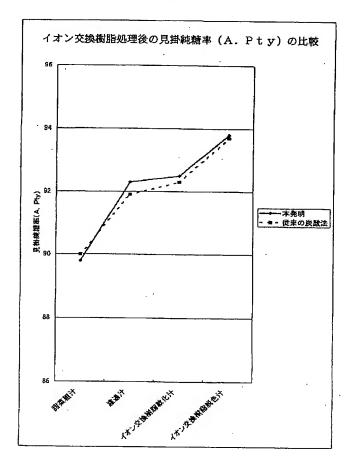
【図10】 石灰乳添加量とカルシウムイオン(ppmCaO/Bx)の関係



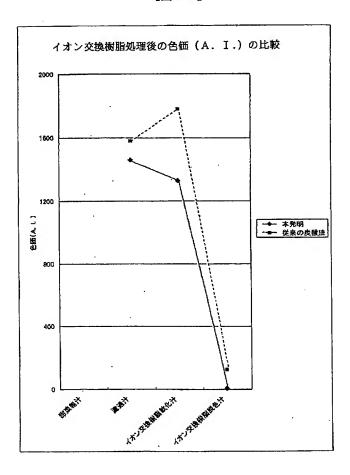
【図11】



【図12】



【図13】



# フロントページの続き

(72)発明者 加賀 敏夫

千葉県千葉市美浜区真砂2-23-1-604

(72)発明者 森屋 和仁

北海道北見市北上101-15

(72)発明者 遠藤 亮

北海道北見市北上356-50

(72)発明者 石塚 忠義

北海道北見市北上101-15

(72)発明者 水谷 武雄

神奈川県横浜市神奈川区羽沢1194-33

(72)発明者 山田 幸蔵

神奈川県鎌倉市小袋谷2-5-1-405

(72)発明者 川上 昌之

神奈川県横浜市鶴見区駒岡 4-12-47